

平成21年6月2日現在

研究種目：基盤研究(C)  
 研究期間：2006～2008  
 課題番号：18560080  
 研究課題名（和文） 極短時間熱処理によるチタン合金の冷間加工性と強度の向上（応力誘起変態の応用）  
 研究課題名（英文） Improvement of Cold Working Ability and Strength of Titanium Alloy (Application of Stress-induced Transformation)  
 研究代表者  
 森田 辰郎 (MORITA TATSURO)  
 京都工芸繊維大学・工学科学研究科・准教授  
 研究者番号：90239658

研究成果の概要： 代表的な $\alpha + \beta$ 型チタン合金であるTi-6Al-4Vに比較的低温で短時間溶体化処理を施すことにより、応力誘起変態が生じる残留 $\beta$ 相や $\alpha''$ 相の体積率を恣意的に上昇させ、逆に強度上昇をもたらす $\alpha'$ マルテンサイト相の生成量を極力押さえることで冷間加工性が改善された。また、冷間加工後に短時間時効処理を施すことにより、元材と同程度の水準まで静的強度の回復が可能であることが明らかとなった。さらに、短時間2段階熱処理により疲労強度が改善可能であることが示された。

交付額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
2006年度	1,500,000	0	1,500,000
2007年度	900,000	270,000	1,170,000
2008年度	800,000	240,000	1,040,000
年度			
年度			
総計	3,200,000	510,000	3,710,000

研究分野：機械材料学

科研費の分科・細目：機械工学 ・ 機械材料・材料力学

キーワード：(1) チタン合金 (2) 熱処理 (3) 冷間加工性 (4) 強度  
 (5) 応力誘起変態

## 1. 研究開始当初の背景

(1) 従来、チタンは航空宇宙産業を中心に使用されてきたが、各種製品の高性能化などに係る社会的ニーズの高まりの中で、近年、急速に民生品へ応用されつつある。高い比強度および優れた耐食性を有し、かつ生体親和性も良好なチタンを民生品へ応用することは極めて有意義であるものの、コスト高となる固有の問題が大規模な応用を阻んでいる。チタン製品が高価であるのは、素材自体が高いだけでなく、冷間加工が困難であることから

成形に要する加工費がかさむためである。それゆえ、チタンを各種製品の高機能化あるいはエネルギー使用量低減を目的として広く使用するためには、冷間加工性の改善を通じてパフォーマンス/コストを向上させる必要がある。

(2) 本申請者は2年に渡る研究(平成16～17年度科学研究費補助金)により、新たに考案した短時間2段階熱処理が $\alpha + \beta$ 型チタン合金の強度に及ぼす影響について検討した。同研究において基礎データの収集を進める中

で、比較的低い温度において短時間溶体化処理 (1123 K, 60 s) を施した場合、残留  $\beta$  相の応力誘起変態に起因して未処理材よりも降伏強度が大幅に低下するとともに、延性値が著しく上昇することを見出した。このことは、強度向上という観点からすれば一見、無意味に思える。しかしながら、同知見は  $\alpha + \beta$  型チタン合金に極短時間の熱処理を施すだけで、通常困難な冷間加工が低変形抵抗下において可能となることを示唆しており、極めて興味深い結果であった。

## 2. 研究の目的

本研究の目的は、短時間熱処理による組織制御を通じて高比強度を特徴とする  $\alpha + \beta$  型合金により高い冷間加工性を付与することである。この目的を達成するために、本研究では代表的な  $\alpha + \beta$  型チタン合金 Ti-6Al-4V に短時間溶体化処理を施すことにより、応力誘起変態が生じうる準安定な残留  $\beta$  相の体積率を恣意的に上昇させるとともに強度上昇をもたらす  $\alpha'$  マルテンサイト相の生成量を極力押さえることで冷間加工性の改善を試みた。また、冷間加工後に短時間時効処理を施して一旦低下させた静的強度の回復を試みた。さらに、上記の短時間 2 段階熱処理が疲労強度に及ぼす影響について併せて検討した。

## 3. 研究の方法

### (1) 短時間熱処理による冷間加工性の向上

①厚さ 0.6 mm の Ti-6Al-4V 合金圧延材を、図 1 に示す引張試験片、エリクセン試験片および曲げ試験片形状に機械加工した。引張試験片については、後述する短時間溶体化処理を施した後、試験部をエメリ研磨 (#100~#2,000) およびバブ研磨 (#3,000, #10,000) により鏡面状に仕上げた。組織観察、X 線回折および硬さ測定には、引張試験片の試験部から採取した試料 (60 mm×12.5 mm) を用いた。エリクセン試験片および曲げ試験片については、熱処理後にそのまま各試験に供した。②冷間加工性の改善に有効な熱処理条件を見出すため、1098 K~1223 K の温度範囲で 1 s, 10 s あるいは 60 s 間保持した後に水冷した材料および比較材である未処理材の表面上でマイクロビッカース硬さを測定した。硬さはそれぞれ試験力 9.8 N の下で 5 点測定し、平均値を測定値とした。

上記の硬さ測定の結果、4 節で説明するように保持時間 1 s の場合に顕著な硬さの低下が認められ、同処理時間が冷間加工性の改善上、適切であると判断された。そのため、以下の各試験には 1098 K~1223 K の温度範囲で 1 s 間保持した後に水冷した材料を用いた。③上記の短時間溶体化処理にともなう組織変化について調べるため、未処理材および各

熱処理材の表面をクロール氏液で腐食し、光学顕微鏡を用いて微視組織を観察した。また 1148 K, 1 s の条件で短時間熱処理を施した材料およびその引張試験後の材料については、透過型電子顕微鏡 (以後、TEM) を用いて微視組織を詳細に観察するとともに、電子線回折により相変化について詳細に調べた。

④短時間溶体化処理および冷間加工にともなう相変化について明らかにするため、未処理材、各熱処理材およびそれらの引張試験後の材料について X 線回折による相同定を行った。X 線回折には Cu K $\alpha$  線を用い、回折角  $2\theta = 34 \sim 42$  deg, 測定刻み 0.02 deg, 走査速度  $8.3 \times 10^{-3}$  deg/s の条件で行った。

⑤未処理材および各熱処理材の引張試験を行い、短時間溶体化処理にともなう静的強度および伸びの変化について調べた。引張試験は JIS Z 2241 に準拠し、室温・大気中で変位制御型試験機を用いて変位速度 33.3  $\mu\text{m/s}$  の条件下で行った。また、冷間加工性の変化を調べるため、未処理材および各熱処理材について、エリクセン試験および 3 点曲げ試験を JIS Z 2247 および JIS Z 2248 に準拠してそれぞれ行った。

⑥上記の短時間溶体化処理は、チタン合金の静的強度を低下させると同時に延性値を上昇させて冷間加工性を向上させるものである。そのため、冷間加工後には少なくとも元の強度水準まで回復させるための熱処理が必要である。そこで、冷間加工性を改善する際に最も効果があった 1148 K, 1 s の条件で短時間溶体化処理を施した試験片 (図 1(a)) に冷間加工を模擬して 0.17 のひずみを加えた後、753 K, 853 K および 953 K, 40 s の条

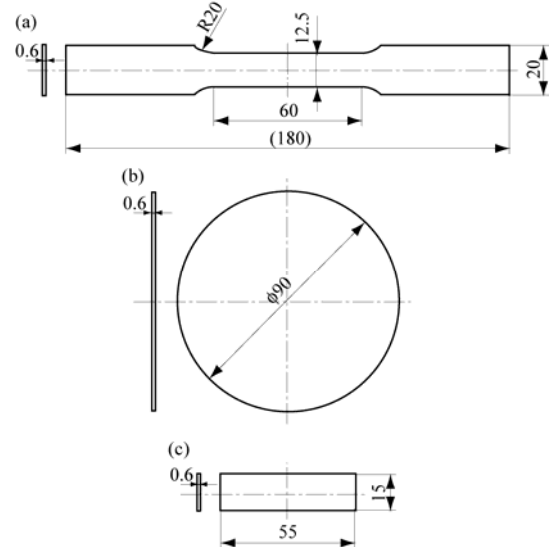


図 1 試験片形状 (mm) : (a) 引張試験片 (JIS Z2201, No. 13B), (b) エリクセン試験片 (JIS Z2247, No. 3), (c) 曲げ試験片 (JIS Z2204, No. 3)

件で短時間時効処理を施した。比較材として、ひずみを与えることなく短時間2段階熱処理を施した材料を併せて準備した。以上の各材について、先述と同じ方法で硬さ測定および引張試験を行った。

#### (2) 短時間2段階熱処理材の疲労強度

直径 14 mm の Ti-6Al-4V 合金圧延丸棒を図 2 に示す 2 種類の試験片形状に機械加工した。その後、1203 K、60 s の条件で加熱後に水冷することで短時間溶体化処理を施した (以後、ST 材)。さらに、第 2 段階目の熱処理として 753 K~903 K、40 s の条件で短時間時効処理を施した (STA 材)。未処理材および各熱処理材の引張試験片および疲労試験片の試験部をエメリ研磨および電解研磨により鏡面状に仕上げた後に各試験に供した。なお、疲労試験は平面曲げ疲労試験とし、繰返し速度 33 Hz、応力比  $R = -1$  の条件で行った。

### 4. 研究成果

#### (1) 短時間熱処理による冷間加工性の向上

① 図 3 に、処理温度と硬さの関係をまとめて示す。同図に示すように、1173 K 以下の温度域ではいずれの保持時間の場合にも未処理材より硬さが低下した。特に、保持時間 1 s の場合にそのような硬さの低下が顕著であり、冷間加工性を向上させる上で適切である

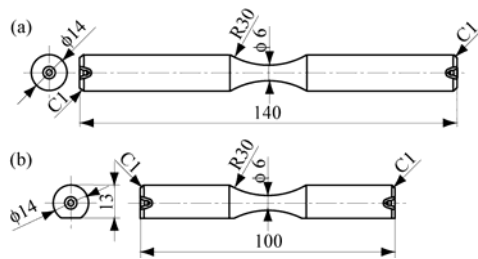


図 2 試験片形状 (mm) : (a) 引張試験片, (b) 疲労試験片 (JIS Z2274, No. 2)

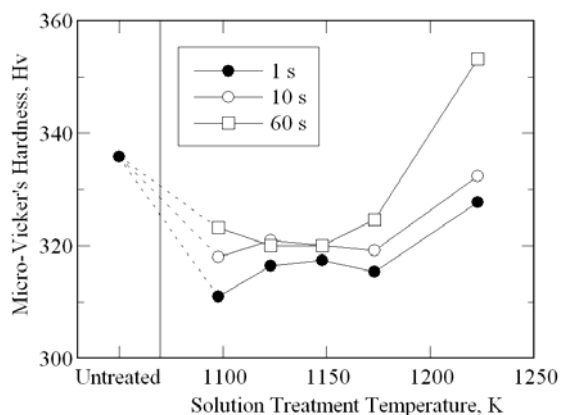


図 3 溶体化温度と硬さの関係 (保持時間 : 1 s, 10 s, 60 s)

と判断された。そのため、以降の各試験には 1098 K~1223 K の温度範囲で 1 s 間保持した後に水冷した材料を用いた。

② 図 4 に、熱処理材組織の代表例を未処理材の組織とともにまとめて示す。同図に示す未処理材の組織において白色部が等軸  $\alpha$  相であり、また黒色の斑点部分が  $\beta$  相である。同図に示すように、1098 K では若干の  $\beta$  相が残存している様子が認められたが、それを超える処理温度では  $\beta$  相は認められなかった。

図 5 に、各材の X 線回折結果をまとめて示す。なお、図 5(c) には各熱処理材の引張試験後の結果を示してあるが、これについては後

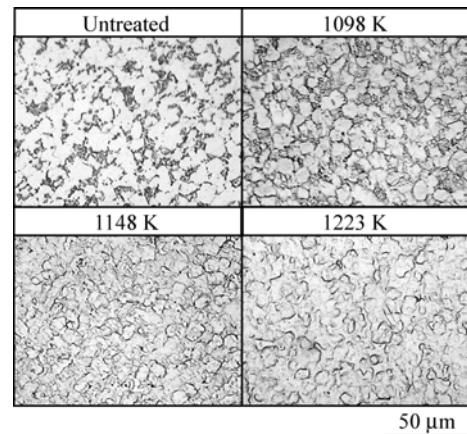


図 4 未処理材および短時間溶体化材の微視組織 (保持時間 : 1 s)

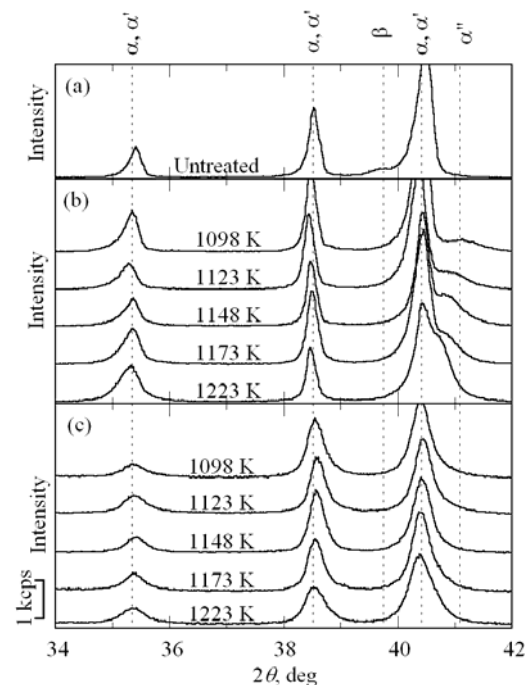


図 5 X 線回折結果 : (a) 未処理材, (b) 短時間溶体化材 (保持時間 : 1 s), (c) 引張試験後の短時間溶体化材 (保持時間 : 1 s)

述する。図 5(a)および(b)から、以下の 2 点が明らかとなった。すなわち、短時間溶体化処理にともない  $\beta$  相のピークが消失しており、安定な  $\beta$  相が  $\alpha'$  相へ変態したと考えられること、および新たに  $\alpha''$  相のピークが認められ、短時間溶体化処理にともない同相が生成することである。

図 6 に、1148 K で処理した材料およびその引張試験後の材料について透過型電子顕微鏡を用いて観察した結果をまとめて示す。 $\alpha$  相と  $\alpha'$  相のピークはほぼ同一位置にあるため、X 線回折により  $\alpha'$  相の生成の有無を調べることはできない。しかしながら、図 6(a) に示す観察結果から針状の  $\alpha'$  相の生成が確認され、同相の生成が確認された。また、不安定な残留  $\beta$  相は X 線回折では検知できないが、電子線回折からその存在を調べることが可能である。実際、図 6(a) に示すように、1148 K で処理した材料の電子線回折図形から残留  $\beta$  相の存在が確認された。

以上の X 線回折、TEM 観察および電子線回折結果から、短時間溶体化処理により強度上昇をもたらす  $\alpha'$  相が生成する一方、安定な  $\beta$  相が消失して応力誘起変態を生じうる残留  $\beta$  相と  $\alpha''$  相が生成することが明らかとなった。

③図 7 に、処理温度と静的強度、伸びおよび降伏比の関係性をまとめて示す。図 7(a) から理解されるように、今回調べた全処理温度で短時間溶体化処理により降伏強度の顕著な低下が認められた。降伏強度は処理温度の上昇にともない若干上昇しているが、これは先述のように  $\alpha'$  相が生成し、その体積率が処理温度の上昇とともに増大したためと推察される。

一方、図 7(b) に示すように全処理温度において、未処理材の場合よりも伸びが大幅に上昇し、逆に降伏比は低下した。特に、1148 K において伸びは最大となり、また降伏比は最

小となった。このような延性の改善は、 $\alpha''$  相および残留  $\beta$  相の応力誘起変態に起因すると推察される。実際、全ての熱処理材で引張試験後に  $\alpha''$  相の X 線回折ピークは消失し (図 5(c))、また電子線回折を行ったところ残留  $\beta$  相の存在は認められなかった。以上の結果から、 $\alpha''$  相および残留  $\beta$  相は応力誘起変態により消失したと考えられる。なお、上記のように 1148 K において最大の伸びを示したのは、処理温度の上昇にともない  $\alpha''$  相および残留  $\beta$  相に対する  $\alpha'$  相の生成量が増大したことによると推察される。

④図 8 に、処理温度と張出し成形性の高さを意味するエリクセン値の関係をまとめて示

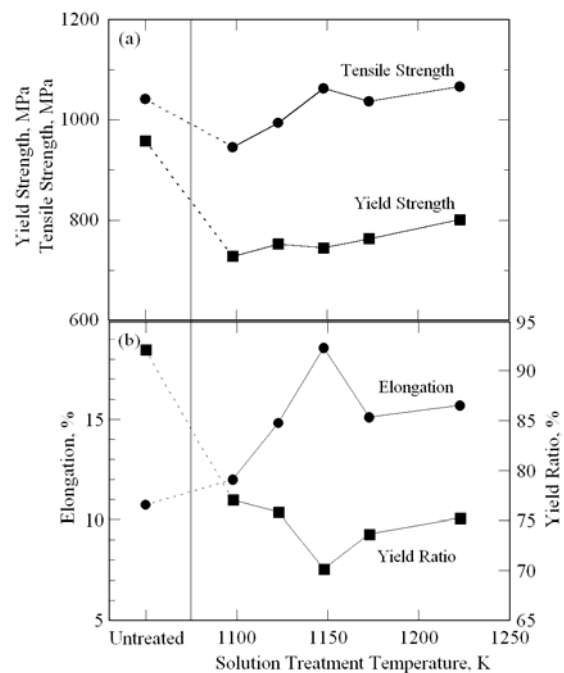


図 7 溶体化温度と (a) 静的強度の関係、(b) 伸びおよび降伏比の関係 (保持時間: 1 s)

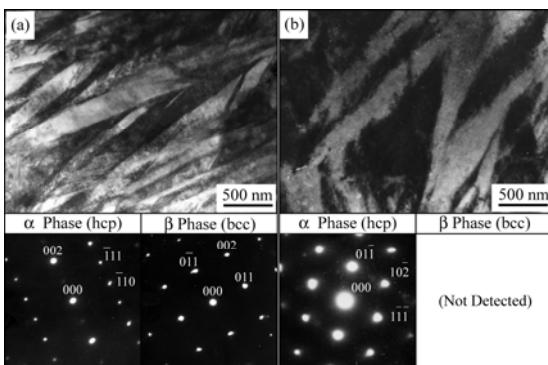


図 6 TEM 観察結果および電子線回折図形: (a) 短時間溶体化材 (1148 K, 1 s), (b) 引張試験後の短時間溶体化材 (1148 K, 1 s)

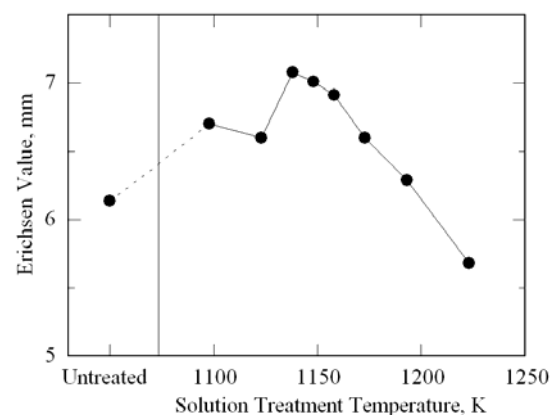


図 8 溶体化温度とエリクセン値の関係 (保持時間: 1 s)

す。また図9に、1148 Kで短時間溶体化処理を施した材料の曲げ試験結果を未処理材の結果とともにまとめて示す。③で説明したように、1148 Kで処理することにより延性が大幅に上昇し、同時に降伏比が低下した。その結果、図7および図8から理解されるように、この処理温度において短時間溶体化処理を施すことにより、張出し成形性を意味するエリクセン値が大きく改善し、また曲げ加工性も改善した。

⑤図10に、顕著な冷間加工性の改善が認められた1148 Kで短時間溶体化処理を施した材料に対し、その後に短時間時効処理のみ施した場合（黒塗り）と塑性ひずみを与えた後に短時間時効処理を施した場合（白抜き）について、時効処理温度と硬さ、静的強度および伸びの変化をまとめて示す。

同図より、短時間溶体化処理にともない低下した降伏強度は、その後の短時間熱処理により未処理材の水準以上まで回復することがわかる。一方、塑性ひずみを与えた後に短時間時効処理を施した場合には、処理温度753 Kでは未処理材と同水準以上となっているが、それ以上の温度では降伏強度および引張強度が低下した。このような静的強度の低

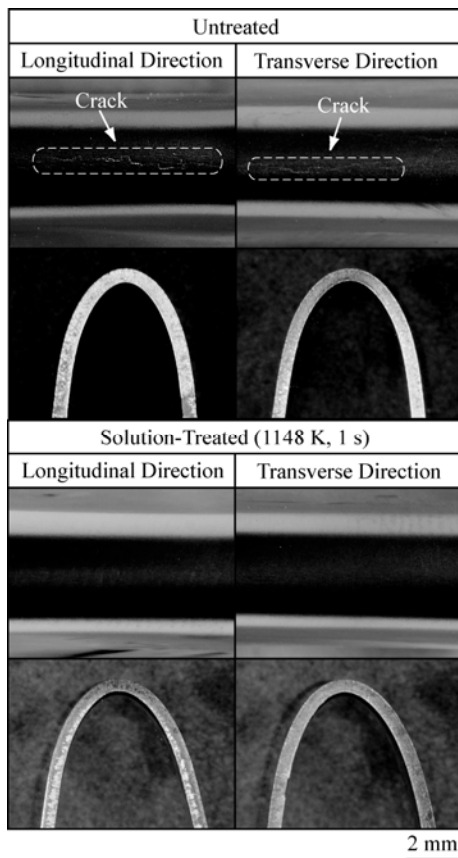


図9 3点曲げ試験後の未処理材と短時間溶体化材(曲げ半径: 3.5 mm)

下は、導入された転位の存在に起因して、組織的な回復が急速に生じたためと推察される。

⑥以上の結果から、Ti-6Al-4Vに比較的低温で短時間溶体化処理を施すことにより、応力誘起変態が生じる残留 $\beta$ 相や $\alpha''$ 相の体積率を恣意的に上昇させ、逆に強度上昇をもたらす $\alpha'$ マルテンサイト相の生成量を極力押さえることで冷間加工性が改善した。また、冷間加工後に753 Kで短時間時効処理を施すことにより静的強度の回復が可能であることが明らかとなった。

⑦本研究により、短時間溶体化処理を通じてチタン合金の冷間加工性を向上しうるプロセスが提案された。未解決の問題や不明な点も残されているものの、同研究により得られた知見は、今後、工業生産活動の一助となるものと確信する。

## (2) 短時間2段階熱処理材の疲労強度

①図11に、1203 K、60 sの条件で短時間溶体化処理を施した材料の短時間時効処理にともなう静的強度、延性値(断面収縮率)および疲労強度の変化をまとめて示す。

図11(a)から理解されるように、比較的高い温度で短時間溶体化処理を施すと、 $\alpha'$ 相の生成のために静的強度が上昇すると同時に、残留 $\beta$ 相の存在のために延性値も上昇し

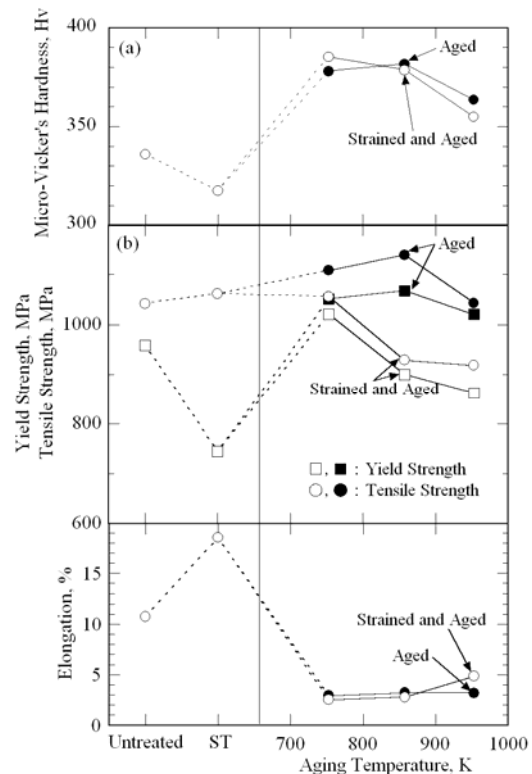


図10 短時間溶体化(1148 K, 1 s)後の塑性変形と短時間時効処理の影響(a)硬さ、(b)静的強度、(c)伸び

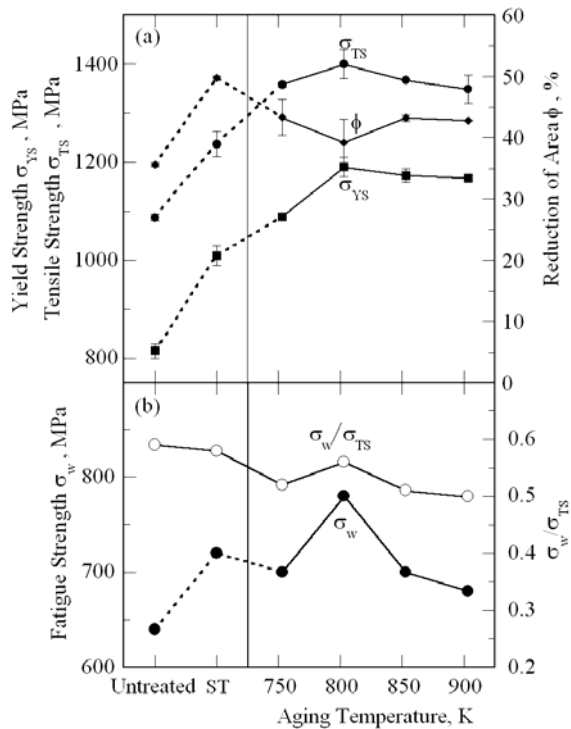


図 11 短時間溶体化(1203 K, 60 s)および短時間時効(保持時間: 40 s)にともなう(a)静的強度, (b)疲労強度および疲労比の変化

た。その後、短時間時効処理を施すとさらに静的強度は改善し、特に 823 K の場合、引張強度は 29 % 改善する一方で、延性値は未処理材よりも高い水準となった。図 11(b) から理解されるように、静的強度の上昇と同時に疲労強度も大幅に改善し、処理温度が 823 K の場合で 22 % 改善した。

② 以上により得られた結果は、チタン合金のパフォーマンス/コストを著しく高めるものであり、今後の製品開発の一助となるものと期待される。

## 5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

[雑誌論文] (計 1 件)

- ① 森田辰郎, 信田康介, 川寄一博, 三阪佳孝, Ti-6Al-4V 合金の疲労強度に及ぼす短時間 2 段階熱処理の影響, 材料, 56-4, pp. 345-351, (2007), 査読有.

[学会発表] (計 1 件)

- ① 村上賢治, 森田辰郎, 短時間溶体化処理による Ti-6Al-4V 合金の延性および冷間加工性の向上, 日本機械学会材料力学部門材料力学コンファレンス M&M2007 講演論文集, pp. 427-428, (2007), 査読無.

[その他]

ホームページ等

<http://www.liaison.kit.ac.jp/db/pdf/077.pdf>

## 6. 研究組織

### (1) 研究代表者

森田 辰郎 (MORITA TATSURO)

京都工芸繊維大学・工芸科学研究科・

准教授

研究者番号: 90239658

### (2) 研究分担者

### (3) 連携研究者

以上